

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :

2001-319954

(43)Date of publication of application : 16.11.2001

(51)Int.CI.

H01L 21/66

C30B 29/06

G01N 1/28

G01N 1/32

H01J 37/28

H01J 37/317

(21)Application number : 2000-134988 (71)Applicant : NIPPON STEEL CORP

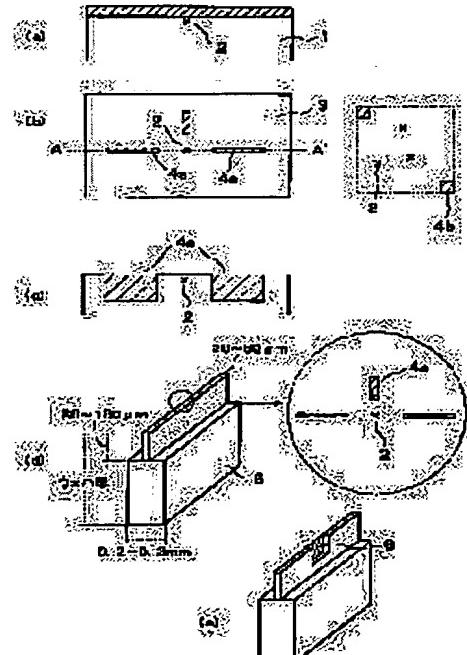
(22)Date of filing : 08.05.2000 (72)Inventor : MIZUO YUURI

## (54) SAMPLE PROCESSING METHOD WITH FOCUSED ION BEAM

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To make it possible to analyze a detective portion accurately on a surface layer of a single crystal wafer, by preventing a damaged layer during ion beam irradiation or a variation of surface state of the Si single crystal wafer like mingling of Ga or the like during observation of a scanning ion microscope image (SIM image) when a sample is processed for analyzing the surface of Si single crystal wafer with a focused ion beam(FIB).

**SOLUTION:** When the sample is processed for analyzing the surface of Si single crystal wafer through shape observation or composition analyze with a focused ion beam(FIB), a protective film is applied to the surface of Si single crystal wafer previously and then SIM observation at the desired observation position and the FIB process are carried out. After that, the protective film is removed with HF and the like, the damaged layer caused by FIB or a variation of surface state of the Si single crystal wafer like mingling of Ga or the like can be prevented.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-319954

(P 2 0 0 1 - 3 1 9 9 5 4 A)

(43)公開日 平成13年11月16日(2001.11.16)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>H01L 21/66  
C30B 29/06  
G01N 1/28  
1/32  
H01J 37/28

識別記号

F I  
H01L 21/66  
C30B 29/06  
G01N 1/32  
H01J 37/28  
37/317テーマコード (参考)  
J 4G077  
B 4M106  
B 5C033  
Z 5C034  
D

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願2000-134988(P 2000-134988)

(22)出願日

平成12年5月8日(2000.5.8)

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 水尾 有里

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式  
会社技術開発本部内

(74)代理人 100068423

弁理士 矢葺 知之 (外1名)

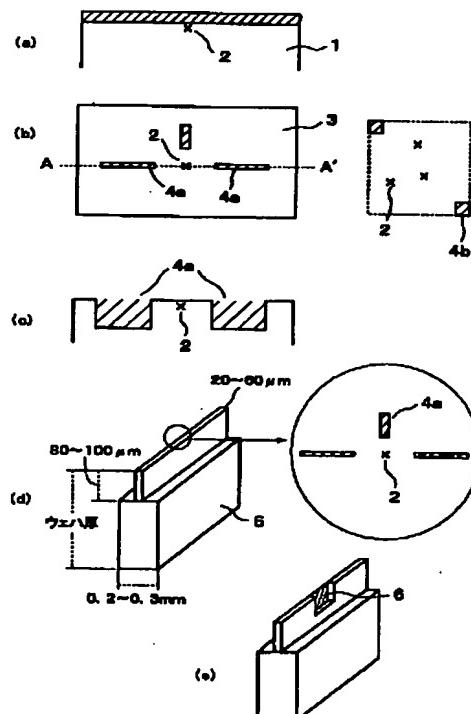
F ターム(参考) 4G077 AA02 BB03 FG02  
4M106 AA02 AA10 BA03 CA51 CB19  
CB21 DH08 DH24 DH33 DJ33  
5C033 UU04 UU06  
5C034 DD06

(54)【発明の名称】集束イオンビームによる試料の加工方法

## (57)【要約】

【課題】集束イオンビーム(FIB)を用いてSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析するための試料を加工する際に、走査イオン顕微鏡像(SIM像)観察時のGaイオンビーム照射による損傷層形成、Ga混入等のSi単結晶ウェハ表面状態の変動を防止し、Si単結晶ウェハ表層部の欠陥箇所を正常に解析することを可能にする。

【解決手段】FIBを用いてSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を、形状観察および組成分析等により解析する試料を加工する際に、Si単結晶ウェハ表面に保護膜を予め塗布してから、所望の観察箇所のSIM像観察、FIB加工を行い、その後、前記保護膜をHF等で除去することにより、FIBによる損傷層形成、Ga混入等のSi単結晶ウェハ表面状態の変動を防止する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】シリコン単結晶ウェハ表層部の欠陥箇所を解析するための試料を集束イオンビームを用いて加工する方法であって、集束イオンビームによる加工を行う際に、試料表面の走査イオン顕微鏡像の観察を行う前に、Gaイオンビームによる試料損傷に対して遮蔽効果を有し、かつシリコン単結晶ウェハ表面に損傷を与えることなく除去することが可能な保護膜を、固体材料の表面状態に影響を及ぼさない成膜方法で予め形成する工程と、集束イオンビームによる加工を行った後、前記保護膜を除去する工程を含むことを特徴とする集束イオンビームによる試料の加工方法。

【請求項2】前記保護膜が、シリカ系塗布液をシリコン単結晶ウェハ表面に塗布することにより形成したシリコン酸化膜であることを特徴とする請求項1記載の集束イオンビームによる試料の加工方法。

【請求項3】前記シリコン酸化膜の膜厚が、100nm以上であることを特徴とする請求項2記載の集束イオンビームによる試料の加工方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコン単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析するための試料を集束イオンビームを用いて加工する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】LSIの高集積化および高性能化に伴い、COP(Crystal Originated Particle)や転位に代表されるシリコン(Si)単結晶ウェハ表層部の微小欠陥のデバイス特性への影響が顕在化し、これらの発生機構の解明および低減技術が要求されている。Si単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所の代表的な解析手法として、走査型電子顕微鏡(以下SEMと略記)、透過型電子顕微鏡(以下TEMと略記)、原子間力顕微鏡(以下AFMと略記)による形状観察、二次イオン質量分析法(以下SIMSと略記)による不純物濃度プロファイル測定、エネルギー分散型X線分光(以下EDXと略記)、オージェ電子分光(以下AESと略記)による組成分析等がある。これらの手法を用いて、Si単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析する際には、集束イオンビーム(以下FIBと略記)を用いると、特定箇所についての断面観察およびその試料加工を容易に行うことができる。この方法に関しては、例えば特開平5-15981号公報などに記載されている。

【0003】上記の従来方法によると、試料表面に所望の観察位置を規定できるマークをFIBで加工した後、斜め方向からの断面観察を可能とする窓孔を角孔加工することにより、半導体デバイス等の断面を精度良く得ることができる。同様に、TEMを用いて半導体デバイスの不良箇所、シリコン単結晶ウェハにおける結晶欠陥等

の断面を観察する場合も、FIBを用いることによって、所望の観察位置の薄膜試料を作製することができる。尚、FIBを用いた断面TEM観察試料作製方法に関しては、Transmission Electron Microscope Sample Preparation Using a Focused Ion Beam(J.Electron Microsc.43, pp. 322~326, 1994)に報告されている。

【0004】また、FIBを用いると、EDX、AES等の解析装置、もしくはTEM観察試料を精密加工する際に使用するダイシングソー等の試料加工装置で、所望

10 の欠陥位置を判別するためのマークを容易に且つ精度良く形成することができる。FIBに用いられるイオンビームは、通常、加速電圧30keV程度のガリウム(Ga)イオンビームであり、アーチャの切り替えや、集束レンズ、対物レンズ等のレンズ条件の変更等により、集束イオンビームは、ビーム電流が数十pA程度の小電流ビームから、数十nA程度の大電流ビームに切り替えることができる。Gaイオンビームで試料上を走査することにより、イオンスパッタリングによる加工や、試料より放出される二次電子による走査イオン顕微鏡像(以下SIM像と略記)を用いて、試料表面の形状観察を行うことができる。

【0005】従来のFIBを用いてSi単結晶ウェハの欠陥箇所を解析する試料を加工する手順を、図面を参照しながら以下に説明する。図4(a)(b)は欠陥部2を含むSi単結晶ウェハ1を表面から見た図である。まず、FIB装置中でシリコン単結晶ウェハ表面のSIM像を観察しながら、所望の観察箇所近傍に試料を移動させる。次に、SIM像上でFIB加工領域7を設定し、その領域をGaイオンビームで走査して、シリコン単結晶ウェハ表面を断面観察およびマーク判別が可能な深さだけエッチングすることにより、特定箇所についての断面観察試料、および装置中で欠陥位置を判別するためのマークを加工していた。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】従来のSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析する試料を、FIBを用いて加工する方法では、試料を所望の加工位置近傍に移動させる際のSIM像観察時に、加速電圧30keV程度のGaイオンビームがSi単結晶ウェハ表面に照射される。これにより、試料上の原子がスパッタされて、Si単結晶表面が損傷を受ける。図2は加速電圧30keVのGaイオンビームをSi表面に照射した場合の、Gaイオンの分布をモンテカルロ法によるシミュレーションで計算したものである。これより、SIM像観察時にSi単結晶ウェハの表層から約50nmの領域が、Gaイオンビームにより損傷を受けることがわかる。その結果、シリコン単結晶の表層から約50nm程度が非晶質化し、例えば、転位や積層欠陥といった単結晶中の結晶欠陥であれば、観察対象となる欠陥が試料作製途中で消失してしまう。そのため、シリコン単結晶ウェハ表層に発生す

る欠陥のTEM等を用いた正常な実態観察が困難になるという問題があった。

【0007】これを防止するために、FIB装置に装備されている成膜装置を用いて、結晶欠陥位置上に予めタンゲステン(W)などの保護膜を形成する方法が取られている。この成膜方法は、成膜領域をFIB装置で指定し、その領域をGaイオンビームで繰り返し走査することによりW膜を形成する。その際、シリコン単結晶ウェハ表面のSIM像を観察して成膜領域を探すため、シリコン単結晶ウェハ上に直接30keV程度のGaイオンビームを照射した場合と同様に、シリコン単結晶ウェハ表層部が損傷を受けてしまう。

【0008】また、特開平10-283971号公報において、SIM像観察時と加工時で、異なったGaイオンビームの加速電圧を設定する方法が提案されている。しかしながら、上記方法でも、十分な解像度のSIM像を得るために、Gaイオンビームを25kV~35kVの加速電圧で試料表面に照射する必要があるため、FIBによる試料表層部の損傷層の形成を完全に防止することはできない。また、試料表面のSIM像観察領域にイオン源であるGaが混入するため、試料表層部の化学組成が変化してしまい、シリコン単結晶ウェハ表層に発生する欠陥のEDXやAESを用いた正確な組成分析が困難になるという問題もあった。

【0009】本発明の目的は、前記従来技術では不可能であった、シリコン単結晶ウェハ表層部の欠陥解析を可能にするためのFIBを用いた試料加工方法を提供するものである。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】本発明は、FIBを用いてSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を形状観察、および組成分析等により解析する試料を加工する際に、加工領域を設定するためのSIM像観察を行う前に、保護膜として、Gaイオンビームによる試料損傷に対して、遮蔽効果を有し、かつSi単結晶ウェハ表面に損傷を与えることなく除去することが可能な薄膜をSi単結晶ウェハ表面に予め形成することにより、FIBによる試料表面状態の変動を防止し、Si単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所の正常な解析を実現するものである。

【0011】保護膜の膜種は、Si単結晶ウェハ表層部に影響を及ぼさない成膜方法で形成でき、かつ、Si単結晶ウェハ表面に損傷を与えることなく除去することができる必要がある。代表的な膜種としては、シリカ系塗布液を塗布することにより形成するシリコン酸化膜(SiO<sub>x</sub>)、蒸着により形成する白金パラジウム(Pt-Pd)膜等がある。

【0012】シリカ系塗布液(以後SOG膜と略記)はシラノール[R<sub>n</sub>Si(OH)<sub>4-n</sub>]を有機溶剤(アルコール、エステル、ケトン)に溶解したものである。S

O<sub>x</sub>膜は、スピンドル等を用いて塗布した後、200°C程度の熱処理を施すことにより、試料表面上に容易にシリコン酸化膜(SiO<sub>x</sub>)を形成することができる。

【0013】試料表面上に形成させるシリコン酸化膜の膜厚は、Si単結晶ウェハ表面がGaイオンビームによる損傷を受けない厚みであればいずれでも良いが、図3に示したように、加速電圧30keVのGaイオンビームをSi上のSiO<sub>x</sub>表面に照射した場合の、Gaイオンの分布をモンテカルロ法によるシミュレーションで計算した結果から、Gaイオンは試料表層から100nm以内に分布しているため、保護膜として、Si単結晶ウェハ表面に100nm以上の膜厚でSOG膜を形成することにより、Si層のFIBによる損傷層の形成が防止できる。

【0014】本発明は、FIBを用いてSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を形状観察、および組成分析等により解析する試料を加工する際に、保護膜としてSOG膜をSi単結晶ウェハ表面に予め塗布してから、所望の観察箇所のSIM像観察、FIB加工を行い、その後、前記SOGをHF等で除去することにより、FIBによる損傷層形成、Ga混入等の試料表面状態の変動を防止することができる。尚、本発明におけるSOG膜の組成は、LSI製造工程において、層間絶縁膜として使用されるものであればどんなものでもよい。

#### 【0015】

【発明の実施の形態】以下に本発明によるFIBを用いたシリコン単結晶ウェハ表層部の欠陥観察試料加工手順を、図面を参照しながら説明する。図1(a)は欠陥部2を含むSi単結晶ウェハ1を断面から見た図である。まず、図1(a)に示すように、Si単結晶ウェハ1上面に、膜厚100nm以上のSOG膜3を塗布する。次に、200°C程度の熱処理を行い、SOG膜3を乾燥させる。図1(b)は欠陥部2を含むSi単結晶ウェハ1を表面から見た図である。所望の欠陥部2が中心となるよう、FIB装置中でシリコン単結晶ウェハ表面のSIM像を観察しながら、所望の観察箇所近傍に試料を移動させ、SIM像上で加工領域を設定し、その領域を加工することにより、図1(b)に示すようなマーク4を形成する。マーク4aの形状は、SIM像上の加工領域の設定および加工時間の制御により、次に使用する解析装置、試料加工装置に装備されているSEMもしくは光学顕微鏡の分解能に応じて、それらで判別可能な大きさおよび深さに設定すればよい。

【0016】図1(c)は図1(b)におけるSi単結晶ウェハ1のA-A'方向の断面図である。次に、図1(c)に示すように、前記SOG膜3をHF等で除去する。その後、SEM、AFMによる形状観察、EDX、AESによる組成分析等の目的に応じた欠陥2の解析を行う。

【0017】図1 (d) (e) はSi単結晶ウェハ1を凸型形状に加工した予備薄片5の斜視図である。欠陥2の断面TEM観察を行う場合は、前記SOG膜3をHF等で除去した後、マーク4aが凸領域のほぼ中心となるように、ダイシングソー等を用いて、Si単結晶ウェハ1を、図1 (d) に示すような凸型形状に精密加工し、予備薄片5を作製する。次いで、図1 (e) に示すように、FIBを用いて、マーク4aを中心として予備薄片5の凸型領域を両側から加工し、欠陥2を含む位置を0.1μm程度の膜厚まで薄片化することにより、観察位置の薄膜試料を作製する。

【0018】以上、Si単結晶ウェハ1表面の所望の欠陥位置が既知である場合について、FIBを用いたシリコン単結晶ウェハ表層部の欠陥観察試料加工を説明したが、Si単結晶ウェハ表面の欠陥2の位置が未知である場合は、まず、Si単結晶ウェハ1上に、膜厚100nm以上のSOG膜3を塗布した後、Si単結晶ウェハ1上の任意箇所に、FIBを用いて図1 (b) に示すような結晶欠陥位置合わせ用マーク4bを形成する。前記マークを形成する領域の大きさは、所望の結晶欠陥の密度を考慮して、所定の領域内に数個の欠陥2が含まれるように設定する。次いで、前記SOG膜3をHF等で除去した後、AFM等の表面形状解析装置を用いてマークを形成した領域内を測定することにより欠陥2の位置を割り出してから、本発明による手順に従い、欠陥観察試料を加工すればよい。

#### 【0019】

【実施例】本発明の欠陥観察試料加工方法を用いて、SIMOX (Separation by Implanted Oxygen) ウェハにおける貫通転位の断面TEM観察を行った。観察試料には、表面シリコン層が60nm、埋め込み酸化膜層が120nmで表面シリコン層に含まれる貫通転位密度が $1E5 cm^{-2}$ であるSIMOXウェハを用いた。まず、試料を約7mm×5mmの大きさのチップに切り出した後、膜厚200nmのSOG膜を塗布し、温度100°C、時間1分の熱処理を行った。次に、FIBでSIMOXウェハ表面をエッティングすることにより、50μm×50μmの領域の端に5μm×5μmの結晶欠陥位置合わせ用のマークを加工した。貫通転位密度を考慮すると、前記領域中に、23個の貫通転位が含まれることになる。次に、前記SIMOXウェハを50%HFに1分間浸すことにより、SOG膜を除去した。次に、AFMを用いて前記領域内を走査し、所望の欠陥位置を割り出した。次に、再度、試料表面に膜厚200nmのSOG膜を塗布した後、欠陥位置が中心となるように、FIBを用いて、図1 (b) に示すような断面TEM試料加工位置マークを加工した。次に、前記SOG膜を除去し、AFMを用いて欠陥位置近傍を走査することにより、所望の欠陥の三次元的な表面形状を詳細観察した。次にダイシングソーを用いて、マーク位置が中心となるように、試料を図1

(d) に示すような凸型形状に精密加工した。次に、予備薄片上に、断面TEM観察領域加工による試料表層の損傷を防止するために、100nmのPt-Pd膜を蒸着した後、FIBを用いて、前記マークを中心として、試料両側からエッティングを行い、0.1μm程度の膜厚まで薄片化した。

【0020】図5 (a) は本発明の実施例により、加工した試料を断面TEM観察した結果である。図5 (b) はSOG膜塗布なしの場合の比較実施例を示す。図5

(b) では、FIB加工損傷によって、表面シリコン層が非晶質化し、表面シリコン層における欠陥箇所の正常な解析が困難になっているが、本発明の実施例により、断面TEM察試料を加工すると、図5 (a) に示すように、表面シリコン層にFIBによる損傷層が形成されることなく、貫通転位の実体が観察できることが確認できた。

#### 【0021】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、FIBを用いてSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を形状観察、および組成分析等により解析する試料を加工する際に、Si単結晶ウェハ表面に保護膜としてSOG膜を予め塗布してから、所望の観察箇所のSIM像観察、FIB加工を行い、その後、前記SOG膜をHF等で除去することにより、FIBによる損傷層形成、Ga混入等のSi単結晶ウェハ表面状態の変動を防止でき、Si単結晶ウェハ表層部の欠陥箇所を正常に解析することが可能になる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 (a) ~ (e) は本発明のSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析する試料をFIBを用いて加工する手順を示す図である。

【図2】シリコン単結晶の表面に、30keVのGaイオンビームを照射した場合の、Gaイオンの分布を示す図である。

【図3】シリコン単結晶上に形成されたシリコン酸化膜(SiO<sub>x</sub>)の表面に、30keVのGaイオンビームを照射した場合の、Gaイオンの分布を示す図である。

【図4】 (a) (b) は従来のSi単結晶ウェハ表層部における欠陥箇所を解析する試料を、FIBを用いて加工する方法を、欠陥位置判別用マークの加工、断面観察試料の加工の場合について示す図である。

【図5】 (a) (b) は本発明の実施例において、FIBを用いて加工した試料の断面TEM観察を行った結果である。

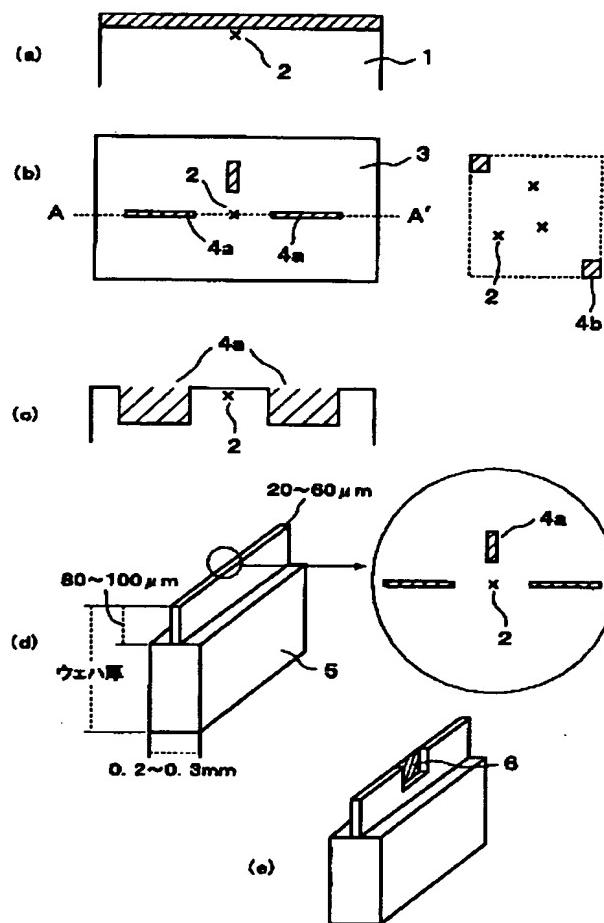
#### 【符号の説明】

- 1 Si単結晶ウェハ
- 2 欠陥部
- 3 SOG膜
- 4 欠陥位置判別用マーク
- 5 予備薄片

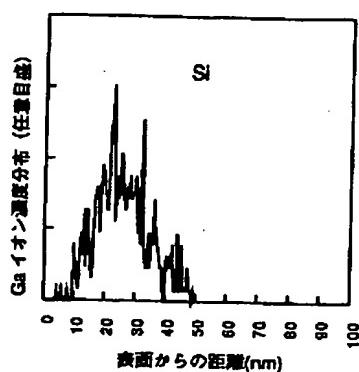
## 6 断面TEM観察領域

## 7 FIB加工領域

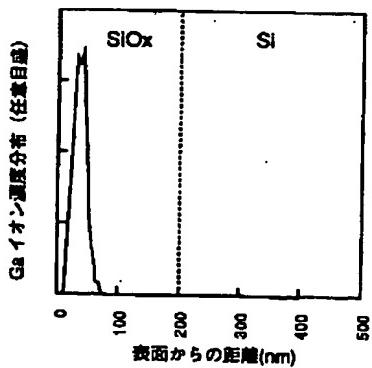
【図1】



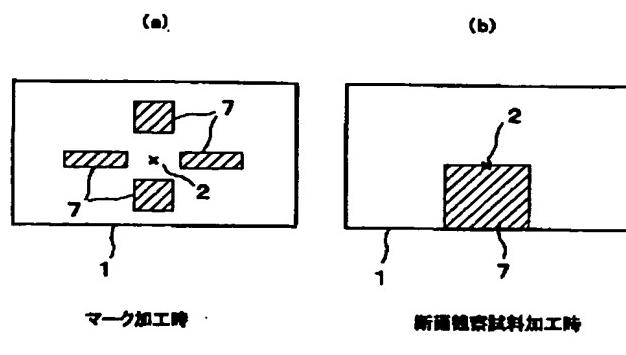
【図2】



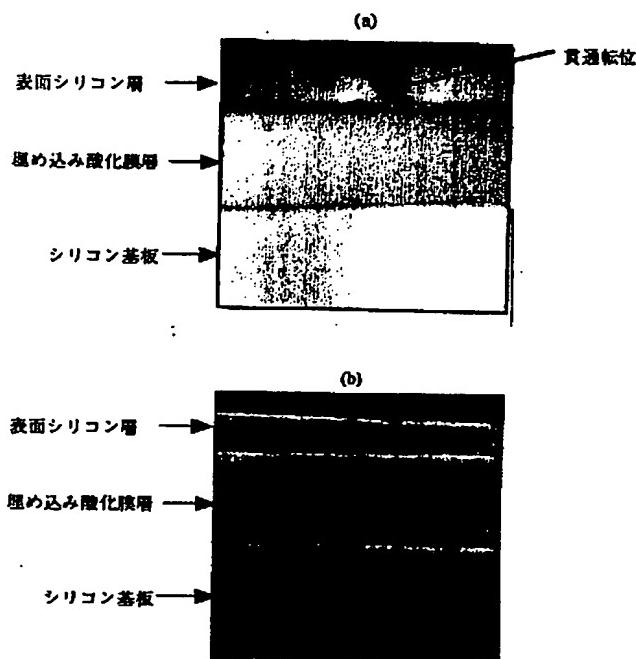
【図3】



【図4】



【図5】



BEST AVAILABLE COPY

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

H 01 J 37/317

識別記号

F I  
G 01 N 1/28

マークコード(参考)

G  
N